

Sveučilište u Zagrebu

Stomatološki fakultet

Maja Zečević Čulina

**UTJECAJ KISELOSTI MEDIJA NA EROZIJSKO TROŠENJE
VISOKO-VISKOZNOG STAKLENOIONOMERNOG CEMENTA I
STAKLOHIBRIDNOG MATERIJALA**

Zagreb, 2021.

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju

Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, pod mentorskim vodstvom doc.dr.sc.

Ane Ivanišević u okviru znanstvenog projekta Hrvatske zaklade za znanost

„Istraživanje i razvoj novih mikro i nanostrukturnih bioaktivnih materijala u dentalnoj

medicini“ (šifra projekta IP-2018-01-1719, voditeljica projekta prof.dr.sc. Ivana Miletić) i

predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u akademskoj godini 2020./2021.

SADRŽAJ RADA

1. UVOD.....	1
1.1. Dentalna erozija	1
1.2. Visokoviskozni i mikrolaminirani staklenoionomerni cementi (SIC)	1
2. CILJ I HIPOTEZE ISTRAŽIVANJA	4
3. MATERIJALI I POSTUPCI.....	5
3.1. Priprema uzoraka za istraživanje	5
3.2. Inicijalno mjerenje mase, određivanje boje i hrapavosti površine.....	6
3.3 Izlaganje uzoraka erozivnim medijima	11
3.4. Ponovljeno mjerenje mase, određivanje boje i hrapavosti površine uzoraka.....	14
3.5. Statistička analiza.....	14
4. REZULTATI.....	15
5. RASPRAVA	20
6. ZAKLJUČCI.....	24
7. LITERATURA.....	25
8. SAŽETAK	28
9. SUMMARY	30

KRATICE

SIC – Staklenoionomerni cement

GERB – Gastroezofagealna refluksna bolešt

HCl – klorovodična kiselina

1. UVOD

1.1. Dentalna erozija

Prehrambene navike pojedinca važan su čimbenik u postizanju oralnog zdravlja i njegovog očuvanja. Tijekom godina, vođene su brojne kampanje kojima se podizala svjesnost ljudi o povezanosti konzumacije zaslađenih napitaka i hrane s nastankom karijesa, najčešće bolesti zuba. Međutim, javna svijest o dentalnoj eroziji, nekarijesnom oštećenju tvrdih zubnih tkiva, nije velika. Dentalna erozija ireverzibilni je gubitak tvrdog zubnog tkiva nastao zbog kemijskog procesa uzrokovanog kiselinama, bez prisutnosti bakterija ili izravne povezanosti s mehaničkim ili traumatskim čimbenikom te karijesom (1). S obzirom na podrijetlo kiseline, erozije mogu biti uzrokovane endogenim (GERB, bulimija, regurgitacija, ruminacija itd.) ili egzogenim čimbenicima (dijetetske, profesionalne i erozije uzrokovane lijekovima). Jedan od najčešćih uzroka nastanka erozije je učestali i prekomjerni unos kisele hrane i pića kao što su citrično voće, voćni sokovi, kava, čajevi te alkohol (1). Proces erozije, odnosno otapanje minerala cakline i dentina događa se kada je pH vrijednost u ustima dugotrajno niža od 5,5. (2).

Dugotrajno ili periodički snižene vrijednosti pH u usnoj šupljini mogu, osim na tvrda zubna tkiva, utjecati i na erozivno trošenje restaurativnih materijala, što u konačnici može ugroziti uspjeh restauracije (3).

1.2. Visokoviskozni i mikrolaminirani staklenoionomerni cementi (SIC)

Staklenoionomerni cementi (SIC) su dvokomponentni materijali čiji osnovni sastav čine fluoroaluminosilikatno staklo i poliakrilna kiselina. SIC-i se kemijski vežu za tvrda zubna tkiva, tolerantni su na prisutnost vlage, koeficijent termalne ekspanzije odgovara istome tvrdih zubnih tkiva, biokompatibilni su, bioaktivni te jednostavni za uporabu što im omogućuje široku primjenu u modernoj dentalnoj medicini (1, 2).

Slabija fizikalna i mehanička svojstva SIC-a, odnosno slaba otpornost na vlak i trošenje, djelomično su nadoknađena razvitkom SIC-a s poboljšanim mehaničkim svojstvima. Visokoviskozni SIC-i su cementi zamiješani s većim omjerom praška u odnosu na tekući dio te zato posjeduju bolja fizička i mehanička svojstva u odnosu na konvencionalne SIC-e (1). Na tržištu je dostupno više takvih materijala, kao što su Ketac Universal Aplicap (ESPE, Neuss, Germany) i Fuji IX GP (GC, Tokyo, Japan).

Sa željom da se prošire indikacije za uporabu visoko-viskozni SIC-eva u stražnjoj regiji, razvijeni su mikrolaminirani staklenoionomerni cementi, gdje se visokoviskozni SIC kombinira sa svjetlosno-polimerizirajućim nanopunjenim premazom (eng. Coat) (4). Mikrolaminirani SIC-i novija su generacija staklenoionomernih cemenata poboljšanih fizikalnih, mehaničkih i estetskih svojstava u odnosu na ostale SIC-e, a upravo je primjena nanopunjenog Coata koji se djelomično ugrađuje u materijal, odgovorna za poboljšana mehanička svojstva. Mikrolaminirani SIC-i pokazali su se dobrima za dugotrajne ispune prvih razreda i manje ispune drugih razreda na stražnjim zubima (5). Daljnje poboljšanje svojstava postiglo se kombinacijom različitih veličina čestica stakla u fluoro-alumosilikatnom punilu SIC-a te se zbog toga ti materijali nazivaju staklo-hibridnim materijalima. Naime, većim česticama stakla (25 μm) dodane su manje (otprilike 4 μm), visoko reaktivne čestice koje ojačavaju restauraciju (6). U sastavu staklo hibridnih SIC-a također je nanopunjeni svjetlosno polimerizirajući premaz tj. primjenjuje se mikrolaminirana tehnika. Primjer staklo-hibridnog materijala je Equia Forte HT Fil (GC, Tokyo, Japan). Zbog kapsuliranog oblika jednostavan je za rukovanje, a zahvaljujući velikom izboru boja (A1, A2, A3, A3.5, B1, B2, B3 i B4) osigurana je bolja estetika. Zahvaljujući ultra finim i visokoreaktivnim česticama stakla raspršenim unutar punila, povećana je raspoloživost iona i stvaranje mnogo snažnije strukture matrice što rezultira boljim fizikalnim svojstvima, većom otpornošću na trošenje te poboljšanim otpuštanjem fluorida (6).

Dosadašnje *in vitro* studije, kao i klinička zapažanja, iznjedrili su brojne rezultate u kojima je zabilježen učinak erozivnog medija na ispune, međutim prema dostupnoj literaturi učinak Aceto balsamico octa i zelenog čaja na SIC-e nije ispitan. Wang i sur. (7) dokazali su da prilikom izlaganja viskoviskoznih SIC-a otopini mliječne kiseline dolazi do povećanja hrapavosti materijala, ali značajni gubitak mase nije zabilježen. U istraživanju koje su proveli Bakar i sur. (8) ispitan je utjecaj klorovodične (HCl), limunske i fosforne kiseline na viskoviskozne SIC-e te je zabilježena pojava erozije na uzorcima izlaganim HCl-u i limunskoj kiselini, dok fosforna kiselina nije utjecala na ispitane materijale. Također, i Salas i sur. (9) dokazali su da erozivni medij, točnije sok od naranče, uzrokuje degradaciju staklenoionomernih materijala. Sva navedena istraživanja ispitivala su navedeni utjecaj na konvencionalnim i viskoviskoznim SIC-ima, dok utjecaj erozije na staklohibridne materijale prema dostupnoj literaturi nije detaljno ispitan.

S obzirom da rezultati nekih istraživanja pokazuju visok stupanj otpornosti staklenoionomernih materijala na eroziju, dok rezultati drugih opovrgavaju tu tezu, poželjna su dodatna istraživanja, posebno u kontekstu SIC-a kao materijala za dugotrajne ispune. .

2. CILJ I HIPOTEZE ISTRAŽIVANJA

Cilj ovoga istraživanja bio je dokazati održivost triju vrsta staklenoionomernih cementa u usnoj šupljini pri različitim pH vrijednostima, tj. ispitati postojanost staklenoionomernih cementa u erozivnom mediju, *in vitro*.

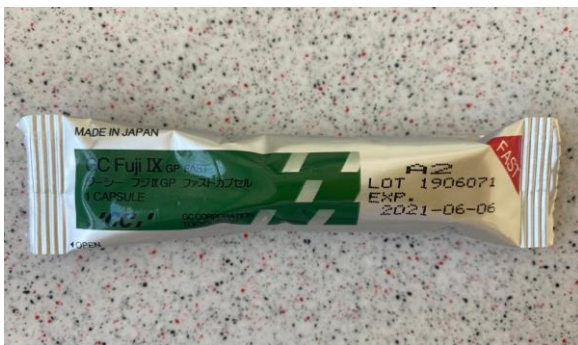
NULTE HIPOTEZE

- Utjecaj erozivnog medija na staklenoionomerne cemente ne rezultira smanjenjem mase.
- Erozivni medij ne utječe na promjenu boje SIC materijala.
- Erozivni medij ne rezultira povećanjem hrapavosti površine SIC materijala.

3. MATERIJALI I POSTUPCI

3.1. Priprema uzoraka za istraživanje

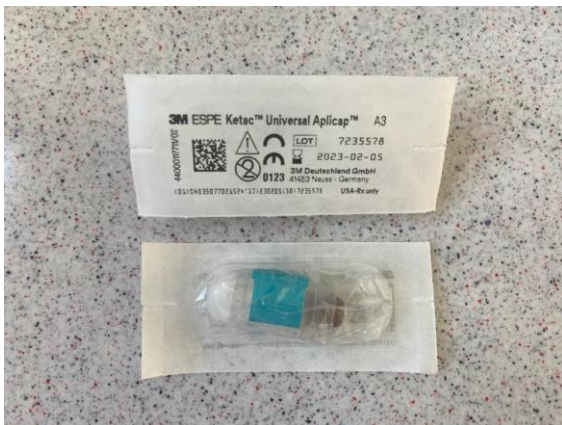
U istraživanju su bile tri eksperimentalne skupine uzoraka ($n = 66$): (i) staklenoionomer temeljen na staklo-hibridnoj tehnologiji, EQUIA Forte HT Fil (GC, Tokyo, Japan) bez premaza ($n = 22$), (ii) visokoviskozni staklenoionomer Fuji IX GT (GC, Tokyo, Japan), ($n = 22$) i (iii) visokoviskozni Ketac Universal Aplicap (ESPE, Neuss, Germany), ($n=22$) (Slike 1, 2 i 3).



Slika 1. Fuji IX GP (GC, Tokyo, Japan)



Slika 2. EQUIA Forte HT Fil (GC, Tokyo, Japan)



Slika 3. Ketac Universal Aplicap (ESPE, Neuss, Germany)

Materijali su zamiješani prema uputama proizvođača i zatim su istisnuti u posebno izrađene teflonske kalupe za niske valjčiće promjera 6 mm i debljine 2 mm. Svaki je kalup premazan vazelinom kako bi se olakšalo vađenje uzoraka. Kalupi su prilikom istiskivanja materijala bili položeni na staklenoj podlozi te se je u svaki kalup istisnuo materijal u blagom

suvišku, te je zatim na njih postavljena staklena pločica kako bi se osigurala dobra kondenzacija materijala i ravna površina uzorka (Slika 4).



Slika 4. Uzorci u teflonskim kalupima

Nakon što su se uzorci izvadili iz kalupa, stavljeni su u petrijeve zdjelice, te ostavljeni u destiliranoj vodi sedam dana. Držani su u inkubatoru NUVE ES 120 (Nuve Sanayi Malzemeleri Imalat ve Ticaret AS, Ankara, Turkey) na temperaturi od 37 °C kako bi se oponašala tjelesna temperatura.

3.2. Inicijalno mjerenje mase, određivanje boje i hrapavosti površine

Prije početka provođenja eksperimenta, svaki je uzorak izvagan analitičkom vagom NBL 254i (AE Adam GmbH, Felde, Germany) (Slika 5).



Slika 5. Vaganje uzorka pomoću analitičke vage NBL 254i (AE Adam GmbH, Felde, Germany)

Zatim je na svakom uzorku provedeno kolorimetrijsko mjerenje pomoću spektrofotometra Easyshade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany). Prije mjerenja spektrofotometar je kalibriran prema uputama proizvođača. Sva mjerenja proveo je jedan ispitivač. LAB je trodimenzionalni prostorni prikaz, tj. sustav dobiven pretvorbom x , y , z vrijednosti koordinatnog sustava u tri nove varijable $L^*a^*b^*$, dajući numerički opis položaja boje u trodimenzionalnom prostoru boja. Pritom je korekcija izvršena na sljedeći način: $y=L$, x i $y=a$, z i $y=b$. LAB sustav koristi kartezijeve koordinate za izračun boje u prostoru. Položaj boje opisuje se u odnosu na izmjerenu vrijednost od varijable L , a i b (10). „ L “ vrijednost predstavlja svjetlinu s rasponom od 0 - 100 (crno - potpuno bijelo) i okomita je na osi „ a “ i „ b “. Osi „ a “ i „ b “ predstavljaju ravninu kromatski obojenih tonova.

Svaka kromatska koordinata ima pozitivni i negativni predznak pri čemu je „a“, akromatska os koja predstavlja prijelaz od zelenog (s negativnim predznakom) prema crvenom (s pozitivnim predznakom) a „b“, kromatska os koja predstavlja prijelaz od plavog (s negativnim predznakom) prema žutom (s pozitivnim predznakom) (10). Ovaj vrlo primjenjiv i najčešće korišten sustav boja koristi se u brojnim znanstvenim istraživanjima koja se bave bojom i vizualnom percepcijom. Najprihvatljiviji je jer sve tri varijable (ton, zasićenje, svjetlina) daju numerički opis položaja boje u trodimenzionalnom prostoru boja (10) (Slike 6 i 7).



Slika 6. Spektrofotometar Easyshade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany)



Slika 7. Provođenje kolorimetrijskoga mjerenja

Usljedilo je i profilometrijsko mjerenje na svakom uzorku. U mjerenju je korišten uređaj SurfTest SJ-210 Surface Roughness Tester (Mitutoyo Corporation, Sakado, Japan). Izmjerena je „Ra“ vrijednost hrapavosti površine uzorka na pet mjesta na uzorku, te je uzeta aritmetička sredina (Slike 8 i 9). Za procjenjivanje hrapavosti površine u praksi najčešće se upotrebljava upravo „Ra“ koji predstavlja srednje aritmetičko odstupanje profila, a to znači da se na jediničnoj dužini površine od ukupnih iznosa amplituda hrapavosti izračuna srednja vrijednost (11).



Slika 8. Uređaj Surfrest SJ-210 Surface Roughness Tester (Mitutoyo Corporation, Sakado, Japan)



Slika 9. Provođenje profilometrijskoga mjerenja

3.3 Izlaganje uzoraka erozivnim medijima

Nakon stvrdnjavanja uzoraka u inkubatoru i određivanja inicijalnih vrijednosti mase, parametara boje i hrapavosti površine, uzorci su slučajnim odabirom podijeljeni u tri podskupine unutar svake od tri eksperimentalne skupine (n=22) : 1. podskupina – kontrola, uzorci u destiliranoj vodi (n=6); 2. podskupina – uzorci periodički izlagani zelenom čaju (n=8); 3. podskupina – uzorci periodički izlagani Aceto balsamico octu (n=8) (Slike 10 i 11).

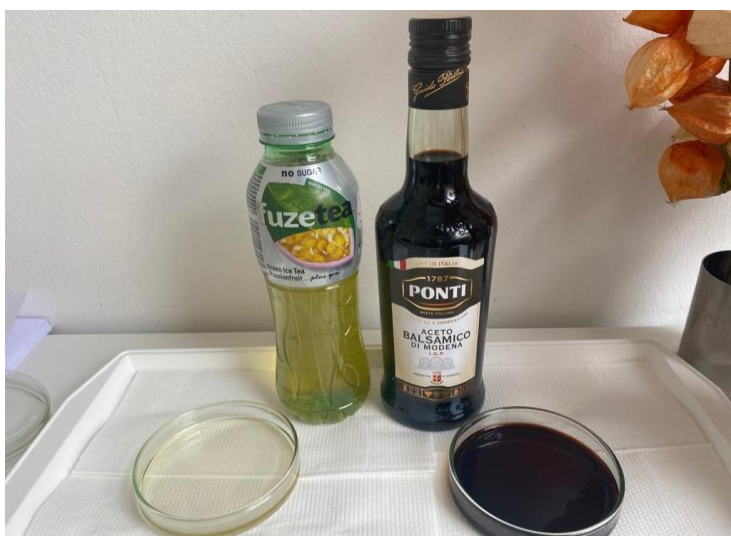


Slika 10. Pripremljeni uzorci u destiliranoj vodi



Slika 11. Pripremljeni uzorci – kontrolne skupine, za svaki materijal n=6.

Usljedilo je izlaganje podskupina uzoraka erozivnim medijima, zelenom čaju FUZETEA Green ice tea passionfruit no sugar (The Coca-Cola Company, Atlanta, Georgia, USA) i octu Aceto balsamico di Modena (Ponti S.p.A., Vignola, Italy) (Slika 12). Uzorci su izlagani erozivnom mediju dvaput dnevno po 10 minuta, svaki dan tijekom 14 dana (Slika 13). Nakon završetka vremena izlaganja isprani su i stavljeni u destiliranu vodu, gdje su čuvani do idućeg izlaganja erozivnim medijima. Čitavo su vrijeme bili pohranjeni u inkubatoru na 37 °C.



Slika 12. Erozivni mediji korišteni u istraživanju



Slika 13. Izlaganje uzoraka erozivnim medijima

pH erozivnih medija kojima su uzorci bili izlagani određen je pomoću ionometra Multiparameter Benchtop Meter inoLab® Multi 9630 IDS (WTW, Weilheim in Oberbayern, Germany). Mjerenja kiselosti provedena su u triplikatu. Aritmetička sredina pH Acteta balsamica iznosila je 3,00, a Fuzetea 3,78 (Slike 14 i 15).



Slika 14. Mjerenje pH Acteta balsamica



Slika 15. Mjerenje pH FUZETEA zelenoga čaja

3.4. Ponovljeno mjerenje mase, određivanje boje i hrapavosti površine uzoraka

Nakon 14 dana, uzorci svih podskupina iz sve tri eksperimentalne skupine ponovo su podvrgnuti mjerenju mase, mjerenju CIELAB vrijednosti boje te mjerenju vrijednosti površinske hrapavosti.

Masa svakoga uzorka izmjerena je tri puta i uzeta je aritmetička sredina te su uspoređene mase prije i poslije izlaganja erozivnom sredstvu. Pomoću spektrofotometra, ponovno su izmjerene CIELAB vrijednosti kako bi se mogle kvantitativno izraziti boje u CIELAB sustavu i shodno tome dobile objektivne vrijednosti koje bi se mogle međusobno uspoređivati s ranije dobivenim vrijednostima. Profilometrom je ponovno izmjerena i „Ra“ vrijednost hrapavosti površine svih uzoraka. Mjerena je na pet različitih mjesta te je izračunata srednja vrijednost. Mjerna jedinica su mikrometri. Zatim su dobivene „Ra“ vrijednosti uspoređene sa vrijednostima dobivenim u prvom mjerenju.

3.5. Statistička analiza

Statistička analiza provedena je u programu SPSSv.20 (IBM, Armonk, New York, SAD) metodama trosmjerne analize varijance s *post hoc* LSD testom.

Statistički značajnom smatrala se vrijednost $p < 0,05$.

4. REZULTATI

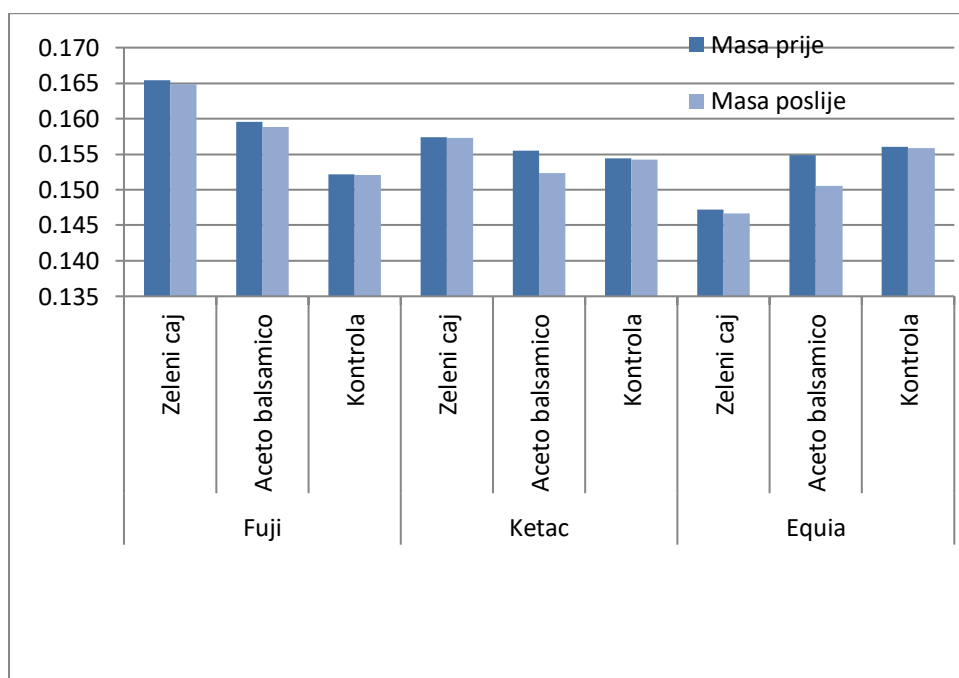
U istraživanju su obrađene tri eksperimentalne skupine: EQUIA Forte HT Fil, Fuji IX i Ketac Universal Aplicap. Statistička analiza pokazala je značajno smanjenje mase uzoraka u sve tri skupine materijala ($p=0,008$). Smanjenje mase uzoraka izlaganih Aceto balsamico octu bilo je statistički značajno veće u odnosu na uzorke izlagane zelenom čaju ($p<0.05$) i u kontrolnoj skupini ($p<0.05$) (Tablica 1. i Slike 16 i 17). Iako je efekt smanjenja mase tj. erozije bio manji kod Fuji IX materijala, nego kod Ketac-a i Equia-e, razlika između tri skupine materijala nije bila statistički značajna ($p>0.05$).

Sve vrijednosti unutar CIELAB sustava statistički su se značajno promijenile. Vrijednost „L“ statistički se značajno smanjila kod svih materijala te u svim kiselinskim uvjetima ($p=0,000$), dok su se vrijednosti „a“ i „b“ značajno povećale ($p=0,000$) (Slike 18,19 i 20). Kod sve tri vrijednosti unutar CIELAB sustava zabilježena je slična promjena u sve tri skupine u određenim okolinama, odnosno ne postoji statistički značajna razlika između tri skupine materijala ($p>0.05$).

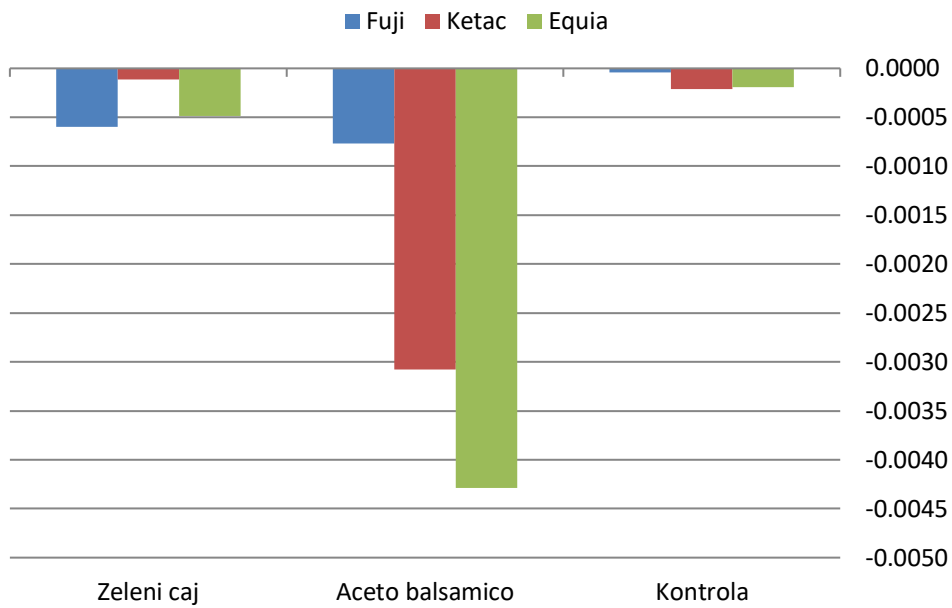
„Ra“ vrijednost hrapavosti površine općenito se smanjila, osim u kontrolnoj skupini materijala Fuji IX gdje se povećala. Međutim, niti općenito smanjenje vrijednosti „Ra“, a niti ovo izolirano povećanje nije bilo statistički značajno ($p=0,179$) (Slika 21). Smanjenje „Ra“ vrijednosti u različitim okolinama nije bilo statistički značajno različito u različitim materijala.

Tablica 1. Analiza gubitka mase svih uzoraka u odnosu na erozivni medij. Aceto balsamico doveo je do statistički značajno većeg gubitka mase svih materijala u odnosu na uzorke izlagane Fuzetea-u i uzorke čuvane u destiliranoj vodi.

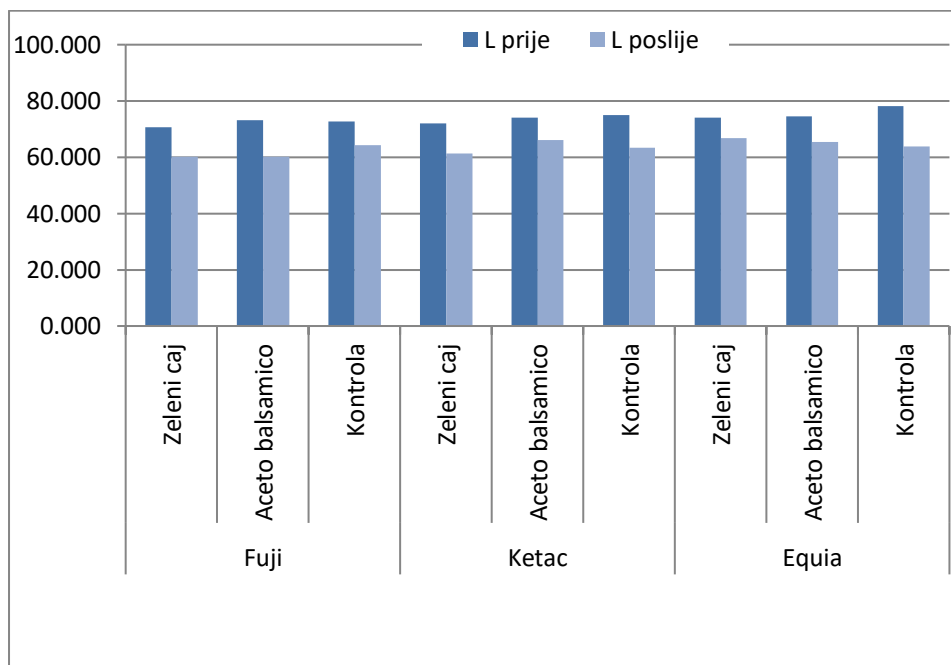
(I) okolina	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval		
				Lower Bound	Upper Bound	
LSD	1 Zeleni čaj 2 Aceto balsamico	2.312500*	,9213059	,015	,467617	4,157383
		3 kontrola	-,252315	,9951241	,801	-2,245017
	2 Aceto balsamico 1 Zeleni čaj	-2.312500*	,9213059	,015	-4,157383	-,467617
		3 kontrola	-2.564815*	,9951241	,013	-4,557517
	3 kontrola 1 Zeleni čaj	,252315	,9951241	,801	-1,740387	2,245017
		2 Aceto balsamico	2.564815*	,9951241	,013	,572113



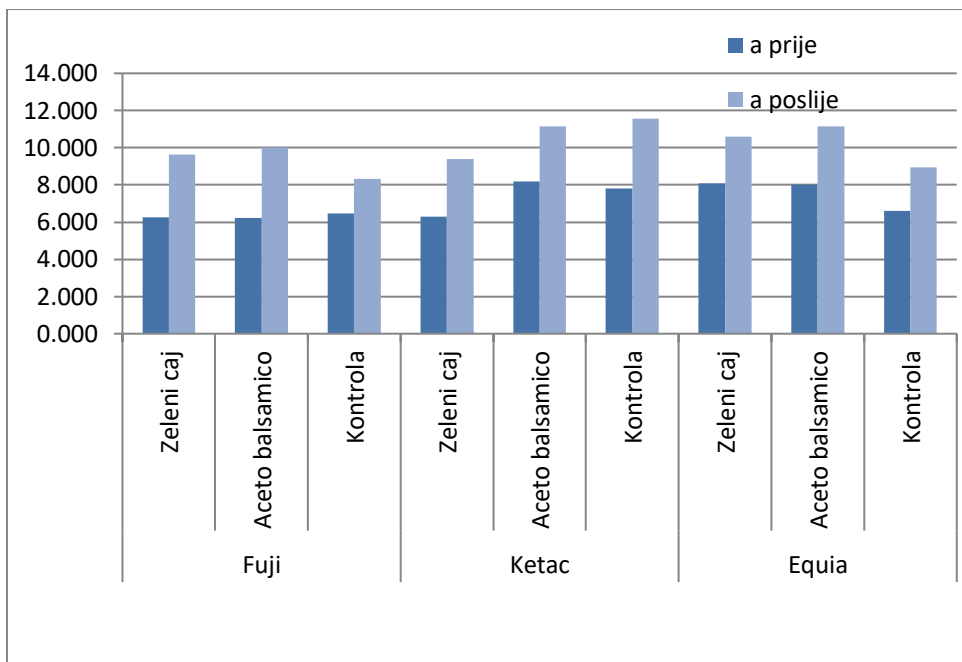
Slika 16. Usporedba izmjerenih masa prije i poslije izlaganja erozivnom mediju. Na y-osi je masa izražena u gramima.



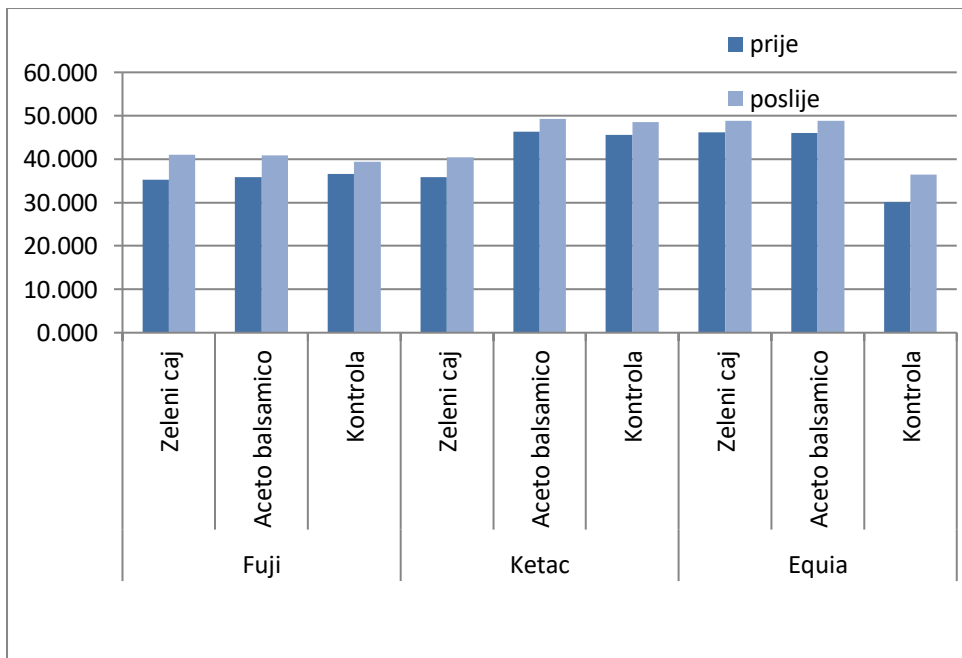
Slika 17. Usporedba smanjenja mase s obzirom na okoline. Kod Fuji IX materijala gubitak mase bio je manji, ali nije bilo statistički značajne razlika među materijalima u istoj okolini.



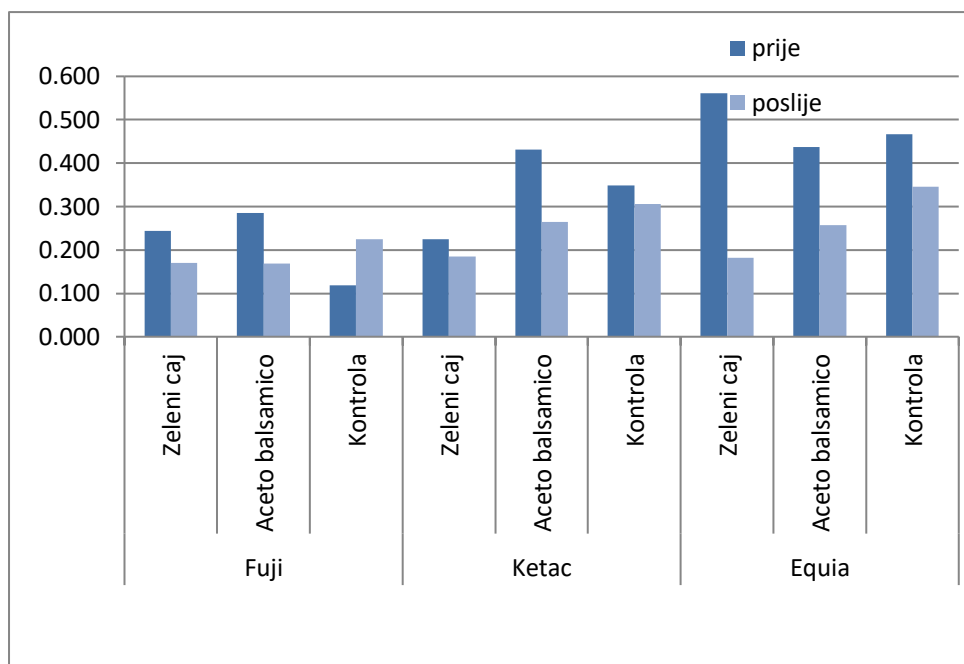
Slika 18. Usporedba izmjerenih „L“ vrijednosti prije i poslije izlaganja erozivnom mediju



Slika 19. Usporedba izmjerenih „a“ vrijednosti prije i poslije izlaganja erozivnom mediju



Slika 20. Usporedba izmjerenih „b“ vrijednosti prije i poslije izlaganja erozivnom mediju



Slika 21. Usporedba izmjerenih „Ra“ vrijednosti prije i poslije izlaganja erozivnom mediju

5. RASPRAVA

Cilj ovoga istraživanja bio je utvrditi dolazi li do promjene mase, boje i hrapavosti površine uzorka SIC-a prilikom izlaganja erozivnim medijima Aceto balsamico octu i FUZETEA kupovnom zelenom čaju. Nulte hipoteze su djelomično odbačene, a djelomično potvrđene, jer se pokazalo da su erozivni mediji djelovali degradirajuće na sve tri skupine SIC-a, odnosno došlo je do značajnog smanjenja mase i promjene boje uzoraka, međutim hrapavost površine nije statistički značajno promijenjena.

Budući da se zna da kiseline djeluju nagrizajuće na tvari s kojima su u dodiru, relevantno je da postoji potreba za razumijevanjem djelovanja kiselih napitaka i hrane na restaurativne materijale (12, 26). Djelovanje kiseline može uzrokovati gubitak glavnih sastavnica matriksa SIC-a. U kiselim uvjetima, H⁺ ioni iz kiseline difundiraju u SIC i istiskuju metalne katione iz matriksa koji potom izlaze iz materijala u okolinu. Njihova količina u matriksu tako se smanjuje, a to potiče otpuštanje novih metalnih kationa iz čestica stakla uzrokujući njihov raspad (13). Posljedica tog procesa je hrapava površina materijala puna šupljina i protrudiranih, neraspadnutih čestica stakla koja je pogodna za akumulaciju plaka i razvoj karijesa. Iz tog razloga potrebno je pažljivo odabrati materijal za izradu restauracija kod pacijenata koji u anamnezi imaju gastroezofagealni refluks, poremećaje prehrane ili koji obilno konzumiraju kisela pića (13).

U istraživanju korištene su tri skupine staklenoionomernih cemenata, u kapsuliranom obliku, za tri eksperimentalne skupine: staklenoionomer temeljen na staklo-hibridnoj tehnologiji te dva visokoviskozna staklenoionomera. Kako bi se prikazao erozivni učinak na navedene materijale, odlučeno je eroziju promatrati kroz prizmu promjene mase, promjene boje uzoraka i promjene hrapavosti površine. Erozivni mediji bili su Aceto balsamico sa pH 3,00, i kupovni zeleni čaj sa pH 3,78.

Više istraživanja potvrdilo je da kiseli uvjeti u usnoj šupljini dovode do degradacije SIC-a i kompozitnih materijala (14-16), dok su druga opovrgnula tu tezu (17), te se moglo očekivati da će naše istraživanje rezultirati malom do srednjom promjenom navedenih promatranih parametara.

Ovo istraživanje pokazalo je da se masa uzoraka iz sve tri navedene skupine značajno više smanjila u Aceto balsamico octu nego u zelenom čaju i u destiliranoj vodi (kontrola). Soares i sur. (18) pokazuju da iako otpuštanjem fluorida SIC-i djeluju protektivno na zubna tkiva u erozivni mediju, svejedno dolazi do njihove degradacije, što je u skladu s našim rezultatima. Također, Viana i sur. (19) dokazali su da su visokoviskozni SIC-i osjetljivi na erozivnu okolinu tj. citratnu kiselinu kojoj je pH 2,6, što je slično vrijednosti pH Aceto balsamico octa (pH 3,0), koji se i u našem istraživanju pokazao kao medij koji je doveo do statistički značajnije degradacije sva tri materijala, u odnosu na medij destilirane vode i manje kisleog zelenog čaja. Stoga bi se moglo reći da napitci čiji je pH manji od 3,0 izazivaju degradaciju. Ovu tezu potvrđuje i istraživanje koje su proveli Abu-Bakr i sur. (20), u kojem je potvrđeno negativno djelovanje citratne i fosforne kiseline na SIC-e. Neki radovi navode da bi se takvo negativno djelovanje erozivnog medija moglo objasniti otapanjem periferne silikatne hidrogelne rešetke njihovih staklenih čestica u kiselim uvjetima (19, 26). Ovdje moramo naglasiti da smo u našem istraživanju izostavili mikrolaminiranu tehniku, odnosno uzorke Equia Forte HT Fil staklo-hibridnog materijala nismo premazivali pripadajućim Coatom. Stoga je razlika erozija iskazana smanjenjem mase u trima skupinama isključivo odraz sastava kemijsko-polimerizirajućih SIC materijala. Iako u istim okolinama nije zabilježena značajna razlika među materijalima, zanimljivo je primijetiti kako je Fuji IX nešto manje erodirao od Equia Forte HT Fil materijala, što moguće implicira da manje čestice koje prema navodu proizvođača povećavaju reaktivnost i broj kemijskih sveza između iona iz staklenih čestica i

poliakrilne kiseline, ne doprinose otpornosti staklo-hibridnog materijala na erozivno djelovanje kiseline, u odnosu na visoko-viskozni SIC Fuji IX.

Kada se promatra boja uzoraka, naše je istraživanje pokazalo statistički značajnu promjenu boje kod sva tri materijala ($p < 0,05$), tj. sve vrijednosti unutar CIELAB sustava su se značajno promijenile nakon izlaganja Aceto balsamico octu i zelenom čaju. Sidhu i sur. (21) u svojem su istraživanju također dokazali da SIC-i ne pokazuju stabilnost boje kroz vrijeme. Inokosi i sur. (22) također iznose da su SIC-i podložni promjeni boje, tj. da kroz vrijeme dolazi do smanjenja opaktnosti i tamnjenja materijala. *In vitro* studija Ayada i sur. (23) ispitivala je promjenu boje SIC-a u kavi, čaju i Coca-coli, te je istraživanje pokazalo značajnu promjenu boje uzoraka u sva tri napitka. Destilirana voda nije pokazala utjecaj na materijale, što odgovara kontroli našeg istraživanja.

Kada se promatra vrijednost Ra, odnosno hrapavost površine, našim istraživanjem došli smo do rezultata da se Ra vrijednost nije značajno promijenila. Naime, to je i jedini dio nulte hipoteze koji smo potvrdili ovim istraživanjem. Također, ovi rezultati odstupaju od ostalih istraživanja. Gladys i suradnici (24) su ispitivajući visokoviskozne SIC-e dokazali povećanje hrapavosti uzoraka. Također, i Wang i sur. (7) potvrdili su da djelovanjem kiseline na SIC-e dolazi do povećanja vrijednosti Ra, odnosno hrapavosti površine. Mogući razlog odstupanja našeg istraživanja od navedenih rezultata drugih radova mogao bi biti u tome što su u našem radu ispitani visokoviskozni SIC-i i SIC-i temeljeni na staklohibridnoj tehnologiji, dok je u ranijim radovima bilježena hrapavost konvencionalnih i smolom modificiranih SIC-a (25, 27). Budući da promjena hrapavosti površine nije satistički značajna ni za jedan materijal, a promjena hrapavosti staklo- hibridnih materijala nije još ispitivana u drugim istraživanjima, u okvirima ograničenja našega istraživanja možemo zaključiti da

materijal EQUIA Forte HT Fil pokazuje održivost površine prilikom izlaganja erozivnim medijima, čak i bez aplikacije nanopunjenog premaza.

Ograničenja ovog istraživanja su *in vitro* uvjeti ispitivanja navedenih materijala, što ne može u potpunosti oponašati uvjete koji u usnoj šupljini *in vivo*. Stoga, valja naglasiti da uzorci materijala koji su testirani nisu bili izloženi temperaturnim promjenama ili cikličkom mehaničkom opterećenju, kao ni puferskom učinku sline.

Potrebna su daljnja istraživanja kojima bi se stvorili realističniji uvjeti koji bi vjerodostojnije oponašali *in vivo* uvjete kojima su svakodnevno izloženi restaurativni materijali u usnoj šupljini i koja bi također pratila utjecaj niskih pH vrijednosti kroz duži vremenski period.

6. ZAKLJUČCI

U uvjetima ovog istraživanja može se zaključiti:

1. Degradirajući učinak erozivnog medija Aceto balsamico octa (pH 3,00) na sve tri vrste SIC-a - EQUIA Forte HT Fil, Fuji IX i Ketac Universal Aplicap, značajno je veći od degradirajućeg učinka kupovnog zelenog čaja (pH 3,78).
2. Erozivni mediji dovode do značajne promjene mase uzoraka te značajne promjene boje, odnosno svih vrijednosti unutar CIELAB sustava.
3. Hrapavost površine viskoviskoznih SIC-a i staklohibridnog materijala ostala je ista nakon izlaganja erozivnim medijima.

7. LITERATURA

1. Tarle Z i suradnici. Restaurativna dentalna medicina. Zagreb: Medicinska naklada; 2019.
2. Šutalo J i suradnici. Patologija i terapija tvrdih zubnih tkiva. Zagreb: Naklada Zadro; 1994.
3. Yu H, Wegehaupt FJ, Wiegand A, Roos M, Attin T, Buchalla W. Erosion and abrasion of tooth-colored restorative materials and human enamel. *J Dent.* 2009 Dec;37(12):913-22.
4. Pavelić B. Staklenoionomerni cementi-provjerite i nadopunite vaše znanje. *Sonda.* 2004;6(10):39-42.
5. Gurgan S, Kutuk ZB, Yalcin Cakir F, Ergin E. A randomized controlled 10 years follow up of a glass ionomer restorative material in class I and class II cavities. *J Dent.* 2020;94:103175.
6. Anzulović F, Rajda M, Baraba A. Mikrolaminirani staklenoionomerni cementi: prikaz slučaja. *Acta stomatologica Croatica.* 2017.
7. Wang L, Cefaly DF, Dos Santos JL, Dos Santos JR, Lauris JR, Mondelli RF, Atta MT. In vitro interactions between lactic acid solution and art glass-ionomer cements. *J Appl Oral Sci.* 2009 Jul-Aug;17(4):274-9.
8. Wan Bakar W, McIntyre J. Susceptibility of selected tooth-coloured dental materials to damage by common erosive acids. *Aust Dent J.* 2008 Sep;53(3):226-34.
9. Salas CF, Guglielmi CA, Raggio DP, Mendes FM. Mineral loss on adjacent enamel glass ionomer cements restorations after cariogenic and erosive challenges. *Arch Oral Biol.* 2011 Oct;56(10):1014-9.
10. Ledić K, Majnarić I, Milardović S, Ortolan, Špalj S, Štefančić S, Mehulić K. Analysis of Translucency Parameter of Glass-Ceramics Fabricated by Different Techniques. *Acta Stomatol Croat.* 2015 Mar;49(1):27-35.

11. Ruivo MA, Pacheco RR, Sebold M, Giannini M. Surface roughness and filler particles characterization of resin-based composites. *Microsc Res Tech.* 2019 Oct;82(10):1756-67.
12. Bueno LS, Silva RM, Magalhães APR, Navarro MFL, Pascotto RC, Buzalaf MAR, Nicholson JW, Sidhu SK, Borges AFS. Positive correlation between fluoride release and acid erosion of restorative glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2019 Jan;35(1):135-43.
13. Reddy DS, Kumar RA, Venkatesan SM, Narayan GS, Duraivel D, Indra R. Influence of citric acid on the surface texture of glass ionomer restorative materials. *J Conserv Dent.* 2014;17(5):436-9.
14. Wongkhantee, S, Patanapiradej V, Maneenut C, Tantbirojn D. Effect of acidic food and drinks on surface hardness of enamel, dentine, and tooth-coloured filling materials. *J Dent.* 2006;34(3):214–20.
15. Prakki A, Cilli R, Mondeli RFL, Kalachandra S, Pereira JC. Influence of pH environment on polymer based dental material properties. *J Dent* 2005;33(2):91-8.
16. Abu-Bakr N, Han L, Okamoto A, Iwaku M. Changes in the mechanical properties and surface texture of compomer immersed in various media. *J Prosthet Dent.* 2000;84(4):444-52.
17. Zalizniak I, Palamara JE, Wong RH, Cochrane NJ, Burrow MF, Reynolds EC. Ion release and physical properties of CPP-ACP modified GIC in acid solutions. *J Dent.* 2013 May;41(5):449-54.
18. Soares LES, Melo TMTC, de Sá Brandim A, de Oliveira IR. Chemical and morphological evaluation of enamel and dentin near cavities restored with conventional and zirconia modified glass ionomer subjected to erosion-abrasion. *Microsc Res Tech.* 2019 Jul;82(7):1114-26.

19. Viana Í, Alania Y, Feitosa S, Borges AB, Braga RR, Scaramucci T. Bioactive Materials Subjected to Erosion/Abrasion and Their Influence on Dental Tissues. *Oper Dent.* 2020 May/Jun;45(3):E114-23.
20. Abu-Bakr N, Han L, Okamoto A, Iwaku M. Changes in the mechanical properties and surface texture of compomer immersed in various media. *J Prosthet Dent.* 2000;84(4):444-52.
21. Sidhu SK, Ikeda T, Omata Y, Fujita M, Sano H. Change of color and translucency by light curing in resin composites. *Oper Dent.* 2006 Sep-Oct;31(5):598-603.
22. Inokoshi S, Burrow MF, Kataumi M, Yamada T, Takatsu T. Opacity and color changes of tooth-colored restorative materials. *Oper Dent.* 1996 Mar-Apr;21(2):73-80.
23. Ayad NM. Susceptibility of restorative materials to staining by common beverages: an in vitro study. *Eur J Esthet Dent.* 2007 Summer;2(2):236-47.
24. Gladys S, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Evaluation of esthetic parameters of resin-modified glass-ionomer materials and a polyacid-modified resin composite in Class V cervical lesions. *Quintessence Int.* 1999 Sep;30(9):607-14.
25. Virupaxi S, Pai R, Mandroli P. Retentive strength of luting cements for stainless steel crowns: A systematic review. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2020 Jan-Mar;38(1):2-7.
26. Alghilan MA, Cook NB, Platt JA, Eckert GJ, Hara AT. Susceptibility of restorations and adjacent enamel/dentine to erosion under different salivary flow conditions. *J Dent.* 2015 Dec;43(12):1476-82.
27. Mat Yaman ZF, Luddin N, Khursheed Alam M. In vitro study of erosive effects of commercial soft drinks on surface microhardness of tooth-colored restorative materials. *Int Med J.* 2014;21(1):83-5.

8. SAŽETAK

Maja Zečević Čulina

UTJECAJ KISELOSTI MEDIJA NA EROZIJSKO TROŠENJE VISOKO-VISKOZNOG STAKLENOIONOMERNOG CEMENTA I STAKLOHIBRIDNOG MATERIJALA

Svrha ovoga *in vitro* istraživanja bila je ispitati postojanost staklenoionomernih cementata u dva erozivna medija u odnosu na destiliranu vodu kao medij.

Tri skupine uzoraka staklenoionomernih cementata u kapsuliranom obliku: (i) EQUIA Forte HT Fil (GC, Tokyo, Japan) bez premaza (n =22); (ii) Fuji IX (GC, Tokyo, Japan) (n = 22); (iii) Ketac Universal Aplicap (ESPE, Neuss, Germany) (n=22), slučajnim su odabirom podijeljene u tri podskupine: 1. kontrola, uzorci u destiliranoj vodi (n=6); 2. uzorci izlagani zelenom čaju (pH 3,78) (n=8); 3. uzorci izlagani Aceto balsamico octu (pH 3,0) (n=8). Na početku eksperimenta, uzorci su izvagani pomoću analitičke vage na četiri decimale, pomoću spektrofotometra procijenjene su L, a, b komponente boje te je na svakom uzorku izvršeno profilometrijsko mjerenje. Uzorci su izlagani erozivnim medijima 2x dnevno po 10 minuta, tijekom 14 dana. Potom su ponovno izvagani, određene su komponente boje i promjena hrapavosti površine profilometrijom. Razlike među materijalima i erozivnim medijima testirane su metodama trosmjerne analize varijance s *post hoc* LSD testom na razini značajnosti $p < 0,05$.

Učinak erozivnih medija je degradirajući za sve tri vrste SIC-a - EQUIA Forte HT Fil, Fuji IX i Ketac Universal Aplicap pri čemu nije zabilježena statistički značajna razlika među materijalima u određenim uvjetima pH ($p > 0,05$). Erozivno djelovanje Aceto balsamico octa bilo je značajno veće nego erozivno djelovanje zelenog čaja i destilirane vode ($p < 0,05$). Oba

erozivna medija dovela su do značajne promjene svih vrijednosti unutar CIELAB sustava ($p < 0,05$). Hrapavost površine ispitanih materijala ostala je ista nakon izlaganja erozivnim medijima ($p > 0,05$).

Aceto balsamico i zeleni čaj izazvali su eroziju i značajnu promjenu boje u sve tri skupine SIC-a. Erozivno djelovanje Aceta balsamica bilo je značajno veće. Hrapavost površine nije statistički značajno promijenjena u tri skupine SIC-a niti u jednom mediju.

Ključne riječi: staklenoionomerni cement; erozija; promjena mase; kolorimetrija; profilometrija

9. SUMMARY

Maja Zečević Čulina

THE EFFECT OF EROSIVE MEDIUM ON PROPERTIES OF HIGH VISCOSITY GLASS IONOMER CEMENT AND GLASS HYBRID RESTORATIVE MATERIAL

The purpose of this *in vitro* study was to examine the stability of glass ionomer cements in two erosive mediums in comparison with distilled water as a medium.

Three groups of samples of glass ionomer cements in encapsulated form: (i) EQUIA Forte HT Fil (GC, Tokyo, Japan) without coating (n = 22); (ii) Fuji IX (GC, Tokyo, Japan) (n = 22); (iii) Ketac Universal Aplicap (ESPE, Neuss, Germany) (n = 22), were randomly divided into three subgroups: 1. control, samples in distilled water (n = 6); 2. samples exposed to green tea (pH 3,78) (n = 8); 3. samples exposed to Aceto balsamico vinegar (pH 3,0) (n = 8). At the beginning of the experiment, the samples were weighed with an analytical balance to four decimal places, the L, a, b color components were evaluated using a spectrophotometer, and profilometric measurement was performed on each sample. Samples were exposed to erosive media twice a day for 10 minutes, for 14 days. They were then weighed again, and color components and surface roughness changes were determined. Differences between materials and erosive media were tested by methods of three-way analysis of variance with *post hoc* LSD test at the significance level $p < 0,05$.

The effect of erosive medium is degrading for all three types of SIC - EQUIA Forte HT Fil, Fuji IX and Ketac Universal Aplicap with no statistically significant difference between the materials under certain pH conditions ($p > 0,05$). The erosive action of Aceto balsamico vinegar was significantly greater than the erosive action of green tea and distilled water ($p < 0,05$). Both erosive mediums led to a significant change in all values within the

CIELAB system ($p < 0,05$). The surface roughness of the tested materials remained the same after exposure to erosive mediums ($p > 0,05$).

Aceto balsamico and green tea caused erosion and significant discoloration within all three glass ionomer cement groups. The erosive action of Aceto balsamico was significantly higher. Surface roughness was not statistically significantly changed in any medium.

Key words: glass ionomer cement; erosion; mass change; colorimetry; profilometry